

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑬ 公開特許公報(A)

昭61-264030

⑫ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)11月21日

C 08 J 7/06

7446-4F※

審査請求 未請求 発明の数 2 (全5頁)

⑮ 発明の名称 表面仕上げ法

⑯ 特 願 昭61-106887

⑰ 出 願 昭61(1986)5月12日

優先権主張 ⑱ 1985年5月14日 ⑲ 西ドイツ(DE) ⑳ P3517274.6

㉑ 発 明 者 ヘルムート・シュミツ ドイツ連邦共和国デー4150クレーフエルト1・ベーデルン  
ト ユトラーセ 69

㉒ 発 明 者 ベーター・ロルフ・ミ ドイツ連邦共和国デー5090レーフェルクゼン1・パウル  
ユラー クレーンシュトラッセ 76

㉓ 発 明 者 ハルトムート・レーバ アメリカ合衆国ペンシルベニア州15243ピッツバーグ・リ  
ー ングレイン 820

㉔ 出 願 人 バイエル・アクチエン ドイツ連邦共和国レーフェルクゼン(番地なし)  
ゲゼルシャフト

㉕ 代 理 人 弁理士 小田島 平吉  
最終頁に続く

#### 明細書

##### 1 発明の名称

表面仕上げ法

##### 2 特許請求の範囲

1. 成型された合成樹脂パーツを成る種の物質で後に表面仕上する方法にして、合成樹脂パーツの表面を少なくとも一種の昇華性物質に曝し、昇華性物質が130℃以上の温度において気相で、その表面が少なくとも75℃に加熱されている合成樹脂パーツの表面の中まで拡散して、その中で冷却によって堆積されることを特徴とする方法。

2. 100乃至3000の分子量を有する有機物質を細み入れることからなる、特許請求の範囲第1項記載の方法。

3. 融物質が、表面の中へ拡散するために、150℃乃至300℃の温度まで加熱されることからなる、特許請求の範囲第1項又は第2項記載の方法。

4. 合成樹脂パーツの表面を輻射エネルギーで

加熱することからなる、特許請求の範囲第1項乃至第3項のいずれかに記載の方法。

5. 暴露時間tが、物質の侵入の与えられた深さに対して、 $\ln t = A/T - B$ なる式に従って選定され、ここでTが絶対温度、BおよびAが材料に依存する定数であることからなる、特許請求の範囲第1項乃至第4項のいずれかに記載の方法。

6. 表面近くを最大とし深さが増すとともに量の減少する昇華性の物質を合成樹脂パーツの表面領域の中に細み入れることを特徴とする、表面仕上げを有する合成樹脂パーツ、殊に熱可塑性。

7. 外側から作用する昇華質の強度がもとの値の4/5まで低減される深さにおいて、物質の特定の濃度が物質の最大特定濃度の少なくとも半分に拘も達することからなる、特許請求の範囲第6項記載の合成樹脂パーツ。

##### 3 発明の詳細な説明

本発明は、成型された合成樹脂パーツを、成る

種の質で引き続いて表面仕上するための方法に関する。

成型された品および半仕上された商品に付加的もしくは改善された特性を賦与することは、例えば成る種の色効果を挙げる目的で、或いは上方の層の中にUV吸収剤を濃化することによってUV輻射による風化の量を低減させる目的で、望ましいことがしばしばである。

合成樹脂パーツにラッカー類もしくは他の物質をコーティングすることは公知であり、これらのものは液体状態で施用され、そこから引き続いて蒸発によって溶媒が除去される。

この方法の欠点は、得られた表面が敏感であり、殊に、機械応力にさらされた時に摩耗をおこしやすいということである。更に、溶媒の蒸発は、環境問題を起す。

他の合成樹脂パーツで、仕上に必要とされる物質を同時に含有し得る溶媒によって外側の層が膨潤させられたものも公知である。溶媒は引き続き

3

することのできる少なくとも1種の物質を合成樹脂パーツの表面に施用し、この物質は、130℃以上の温度にある気相で、少なくとも75℃まで加熱されている合成樹脂パーツの表面の中まで拡散し、この表面の中に冷却によって堆積される。

昇華することのできる物質が、加熱されたガスの形で、予備生成された合成樹脂パーツの穏やかにしか加熱されていない表面の中へ、成る種の特性を生み出すに十分な量だけ、経済的に受容し得る長さの時間内に、物質の特定の濃度が、外側から作用する昇華質によって生み出される効果の減少と対応して、表面下その深さとともに減少して、殆どの場合非常に高価である物質が最適に利用できるようにするといった方法で、引き続き組みこまれ得るということは、本分野の従事者にとっては驚くべきことである。合成樹脂パーツに対する損傷は、もし高々2mmの深さまで下方の表面が、好ましくは無定形熱可塑性の場合で95℃乃至ガラス温度+15℃の間の温度、そして部分

5

熱によって除去される。

この方法で物質をくみこむことを可能とするためには、合成パーツの表面のかかなりの膨潤が必要であるが、合成樹脂はそれによって甚だしく攻められ、従って溶媒の蒸発後に得られる目的物は、その材料構造において、或いは少なくともその外観において損傷され得る。更に、物質のある部分は、膨潤剤が蒸発される時に失われ得る。この逸失は主として表面近くで起り、それは正しく物質が最も有効であることを要求される所である。

予備生成された合成樹脂パーツもしくは半仕上商品を引き続いて表面仕上するための方法にして、それによって、物品がUV光に対する保護、色、抗摩損特性、静電防止特性等の如き特別な特性を賦与する物質に十分富むものとされ、熱可塑性合成樹脂の表面域に対して目に見える構造損傷なしに簡単に経済的な手段によることからなる方法を提供することが本発明の目的である。

本発明に従ってこの問題を解決するには、昇華

4

結晶性熱可塑性の場合で95℃乃至融点+30℃の間の温度、にあれば、高いガラス温度にも拘らず起らないということもまた見出された。射出成型もしくは押出成型から合成樹脂パーツ中に残される熱もこの目的に好都合に利用し得る。UV抵抗性、酸化に対する抵抗性、加水分解安定性、導電性、抗摩損特性および/または接着性は、かくて好適な物質の選択をもって改善することができ、これによって、合成樹脂の可能性のある使用が一般に改善され得る。

本方法の一つの特定の具体例では、100乃至3000の分子量を有する有機物質が組み入れられる。

この長さおよび/または大きさの有機分子構造のものがなおも表面の中へ拡散し得ることは驚くべきことであり、120乃至1500の分子量がこの目的に殊に好適であることが見出された。

本方法の今一つ別の具体例では、表面の中へ拡散することの要求される物質は、150℃乃至3

6

00℃の範囲の温度まで加熱される。

上記の温度においては、これは分解温度によって上方に限定があるが、運動エネルギーは、分圧勾配の利用と共に、要求される量の物質が1500μmという深さまで下方に短時間で組みこまれることを可能ならしめるのに十分であり、この過程はガス圧を高めることによって更に改善される。合成樹脂パーツの品質に及ぼすより高いガス温度の効果は、普通二、三秒乃至数分である短い曝気時間内では無視し得る。

本方法の一つの可能な具体例においては、合成樹脂パーツの表面を輻射エネルギーで加熱する。

赤外線、マイクロ波もしくはレーザービームにより生み出され得る種類の高エネルギー輻射が、合成樹脂パーツの表面を短い期間に急速に加熱するのに殊に好適である。輻射の周波数は、それがダイボールの共振の範囲内に例えばあるように、可能な限りは選定すべきである。輻射エネルギーは、同時に、昇華可能な物質を加熱昇華させ得

7

に近く位置するようにする。

濃度は深さとともに減少するので、合成樹脂パーツは、その強度もまた深さとともに減少する外側からの攻撃から、最も経済的な方法で保護することができ、殊にもしこの物質が高価である場合はこれが経済的に非常に有利になる。性来くもっている合成樹脂を着色するためには、これもまた深さとともに減少する、光の反射に相当する量の染料を使用することによって十分である。

合成樹脂パーツの一つの好都合な具体例では、物質の特定の濃度は、外側から作用する異性質の強度が既にもとの値の4/5まで低減されている深さにおいて、最大の特定濃度の少なくともお半分とする。

物質が組みこまれることを要求される深さは、そこに合成樹脂パーツが引き続き曝露されるべき、合成樹脂パーツ内で影響されることが要求される、外部環境に依存する。実際には、特定濃度の半分の値は、UV吸収体に対しては10乃至10

9

る。本方法を進行する好ましい方法においては、物質の投入の与えられた深さに対する暴露時間 $t$ は、 $1/t = A/T - B$ なる式によって選ばれ、ここで $T$ は絶対温度であり、 $B$ 、 $A$ は材料に依存する定数である。

2個の定数 $A$ および $B$ は、合成樹脂の活性化エネルギーおよび拡散係数の頻度因子に比例するものであり、2個の未知数を有する上記方程式を用いて2回の実験によってその場合場合で決定し得る。経済的な結果は、 $A$ が3500乃至18,500、殊に7500乃至12,500の値を有し、 $B$ が10乃至30、殊に14乃至25の値を有する時に得られ、方程式中の $1/t$ 項には正の値のみが許される。

特別の表面仕上を有する合成樹脂パーツ、殊に熱可塑性は、特許請求の範囲第1項乃至第6項記載の方法に従って製造されるが、ここで、昇華可能な物質は合成樹脂パーツの表面内に深さと共に減少する量だけ組みこまれ、物質の最大量は表面

8

0μm、抗酸化剤に対しては100乃至1500μm、炭遅延剤に対しては500乃至1500μm、染料に対しては20乃至500μm、静電防止剤に対しては1乃至20μm、そして潤滑剤に対しては1乃至20μmの範囲とするべきことが見出された。これらの深さは、腐食抵抗性、加水分解に対する抵抗性、色効果および接着性の即き要求特性を合成樹脂パーツに賦与するのに十分である。

セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースアセテートブチレート、ポリアミド類、ポリオレフィン類、スチレン/アクリロニトリルブタジエン、ポリカーボネート類、ポリブチルテレフタレートの前記直鎖ポリエステル類、芳香族ポリエステル類、熱可塑性ウレタン類、ポリフェニレンスルフィド、LCポリマー類、ポリウレタンカスティング樹脂およびエポキシ樹脂の、合成樹脂パーツの壁を厚くされた層もしくはフィルムが好適である。熱可塑性生成の

10

コポリマー類のブレンドもまた使用し得る。

組み入れられるべき物質としては、如何なる昇華性材料でも使用することができ、例えばベンゾトリアゾール類、O-ヒドロキシベンゾフェノン類、ベンジリデンマロン酸エステル類、置換アクリロニトリル類および立体障害アミン類の型の安定剤がある。

#### 実施例

##### 実験装置

実験装置は2つの部分から構成される。第一の装置は、温度制御された熱い空気の非常に遅い流れを用いて、合成樹脂試料の表面を最大3分間加熱するのに使用される。合成樹脂試料の表面は、熱い空気の流路の出口から約3mmの距離に置かれる。試料の熱表面を、次に、昇華性の材料を煮沸することによって得られる飽和気相を含有する、温度制御されたチャンバーを有する、加熱可能なオーブンの開口部に配置させる。開口部は、ブランク試料によるか、或いは気相によって

その上で作用されるべき試料によるかの何れかで、常に閉ざされるものとする。この気相に対する試料の曝露の時間は、10秒乃至100秒の範囲内とする。

#### 1. チヌビン(Tinuvin)P(分子量139)を用いる実験

60×60×4mmの寸法のポリカーボネートの合成樹脂試料の表面を、約200℃の温度にある熱い空気を用いて2分以内に約100℃乃至110℃の温度まで加熱する。熱表面を、次に、約200℃の温度でチヌビン-Pを含有する気体で10、20、30および100秒間処理する。昇華によって表面領域内に組みこまれたチヌビンPの量を次にUV分光によって測定する。次の結果が得られる：

1 1

|               | 10"                   | 20"                   | 30"                   | 100"                   |
|---------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
| 210℃<br>チヌビンP | 1.8mg/cm <sup>2</sup> | 2.4mg/cm <sup>2</sup> | 3.1mg/cm <sup>2</sup> | 11.9mg/cm <sup>2</sup> |

1 2

#### 2. チヌビン350(分子量283)を用いる実験

同じ実験設備および同じ合成樹脂資料を使用し、約225℃の温度のガス状物質を用いて次の結果が得られる：

|      | 30秒                   | 60秒                   | 90秒                   |
|------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| 225℃ | 0.7mg/cm <sup>2</sup> | 1.5mg/cm <sup>2</sup> | 2.1mg/cm <sup>2</sup> |

特許出願人 バイエル・アクチエンゲゼルシャフト

代理人 弁理士 小田島 平 吉



